SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.51-2005

Air dan air limbah – Bagian 51 : Cara uji kadar surfaktan anionik dengan spektrofotometer secara biru metilen

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 1
4 Jaminan mutu dan pengambilan mutu 4
5 Rekomendasi 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-2476-1991, *Metode pengujian kadar detergen dalam air dengan alat spektrofotometer secara biru metilena*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20th Edition (1998), 5540A and 5540C, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.51-2005 ini, maka penerapan SNI 06-2476-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 51 : Cara uji kadar surfaktan anionik dengan spektrofotometer secara biru metilen

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk penentuan kadar surfaktan anionik dalam air dan air limbah secara biru metilen dan diukur menggunakan spektrofotometer dengan kisaran kadar 0,025 mg/L sampai 2,0 mg/L pada panjang gelombang 652 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
larutan induk
larutan baku kimia yang dibuat dengan kadar tinggi dan akan digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.2
larutan baku
larutan induk yang diencerkan dengan air suling sampai dengan kadar tertentu

2.3
larutan kerja
larutan baku yang diencerkan dan digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.4
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan absorbansi, yang biasanya merupakan garis lurus

2.5
larutan *blanko*
air suling yang diperlakukan sama dengan contoh uji

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Surfaktan anionik bereaksi dengan biru metilen membentuk pasangan ion berwarna biru yang larut dalam pelarut organik. Intensitas warna biru yang terbentuk diukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm. Serapan yang terukur setara dengan kadar surfaktan anionik.

3.2 Bahan

a) serbuk Alkil Sulfonat Linier (LAS) atau natrium lauril sulfat ($C_{12}H_{25}OSO_3Na$);

b) larutan indikator fenolftalin 0,5%;
Larutkan 0,5 g fenolftalin dengan 50 mL alkohol 95% di dalam gelas piala 250 mL. Tambahkan 50 mL air suling dan beberapa tetes larutan NaOH 0,02 N sampai warna merah muda.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

c) larutan natrium hidroksida (NaOH) 1N;
Larutkan 4,0 g NaOH dengan 50 mL air suling di dalam labu ukur 100 mL, tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

d) larutan sulfat (H_2SO_4) 1N;
Ambil 2,8 mL H_2SO_4 pekat, kemudian masukkan ke dalam labu ukur 100 mL yang berisi 50 mL air suling. Tambahkan air suling sampai tepat tanda tera dan dihomogenkan.

e) larutan sulfat (H_2SO_4) 6N;
Ambil 20 mL H_2SO_4 pekat, kemudian masukkan ke dalam gelas piala 200 mL yang berisi 120 mL air suling dan dihomogenkan.

f) larutan biru metilen;
Larutkan 100 mg biru metilen dengan 100 mL air suling dan dihomogenkan. Ambil 30 mL larutan tersebut dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan 500 mL air suling, 41 mL H_2SO_4 6N dan 50 g natrium fosfat monohidrat ($NaH_2PO_4.H_2O$), kocok hingga larut sempurna kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

g) kloroform ($CHCl_3$) p.a;

h) larutan pencuci;
Ambil 41 mL H_2SO_4 6N dan masukkan ke dalam labu ukur 1000 mL yang berisi 500 mL air suling. Tambahkan 50 g natrium dihidrogen fosfat monohidrat ($NaH_2PO_4.H_2O$), kocok hingga larut sempurna kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

i) hidrogen peroksida (H_2O_2) 30%;

j) isopropil alkohol (i-C_3H_7OH);

k) serabut kaca (*glass wool*).

3.3 Peralatan

a) spektrofotometer;
b) timbangan analitik;
c) corong pemisah 250 mL (dianjurkan dengan cerat dan tutup terbuat dari teflon);
d) labu ukur 100 mL; 500 mL dan 1000 mL;
e) gelas piala 200 mL;
f) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL; dan
g) pipet ukur 5 mL dan10 mL.

3.4 Persiapan pengujian

3.4.1 Pembuatan larutan induk surfaktan anionik 1000 mg/L

Larutkan 1,000 g LAS 100% aktif atau natrium lauril sulfat ($C_{12}H_{25}OSO_3Na$) dengan 100 mL air suling dalam labu ukur 1000 mL kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

CATATAN Simpan larutan induk surfaktan anionik di dalam lemari pendingin untuk mengurangi biodegradasi. Bila terbentuk endapan, larutan ini tidak dapat dipergunakan.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.4.2 Pembuatan larutan baku surfaktan anionik 100 mg/L

Pipet 10 mL larutan induk surfaktan anionik 1000 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian tambahkan air suling hingga tepat tanda tera dan dihomogenkan.

3.4.3 Pembuatan larutan kerja surfaktan anionik

a) pipet 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL dan 5,0 mL larutan baku surfaktan anionik 100 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 250 mL;
b) tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera sehingga diperoleh kadar surfaktan anionik 0,4; 0,8; 1,2 dan 2,0 mg/L MBAS.

CATATAN Larutan kerja dapat di buat dari larutan baku surfaktan siap pakai yang diperdagangkan.

3.4.4 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat spektrofotometer sesuai dengan petunjuk alat untuk pengujian kadar surfaktan anionik;
b) ambil masing-masing 100 mL larutan blanko dan larutan kerja dengan kadar surfaktan anionik 0,4 mg/L; 0,8 mg/L; 1,2 mg/L dan 2,0 mg/L kemudian masing-masing masukkan ke dalam corong pemisah 250 mL;
c) tambahkan masing-masing larutan biru metilen sebanyak 25 mL;
d) tambahkan masing-masing 10 mL kloroform, kocok kuat-kuat selama 30 detik sekali-kali buka tutup corong untuk mengeluarkan gas;
e) biarkan hingga terjadi pemisahan fasa, goyangkan corong pemisah perlahan-lahan, jika terbentuk emulsi tambahkan sedikit isopropil alkohol sampai emulsinya hilang
f) pisahkan lapisan bawah (fasa kloroform) dan tampung dalam corong pemisah yang lain;
g) ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi langkah 3.4.4 d) sampai f) sebanyak 2 kali dan satukan semua fasa kloroform;
h) tambahkan 50 mL larutan pencuci ke dalam fasa kloroform gabungan dan kocok kuat-kuat selama 30 detik;
i) biarkan terjadi pemisahan fasa, goyangkan perlahan-lahan;
j) Keluarkan lapisan bawah (kloroform) melalui *glass wool*, dan ditampung ke dalam labu ukur pada langkah j);
k) tambahkan 10 mL kloroform ke dalam fasa air hasil pengerjaan pada langkah j); kocok kuat-kuat selama 30 detik
l) biarkan terjadi pemisahan fasa, goyangkan perlahan-lahan;
m) keluarkan lapisan bawah (kloroform) melalui *glass wool*, dan ditampung ke dalam labu pada langkah j);
n) ekstraksi kembali fasa air dalam corong pisah dengan mengulangi langkah 3.4.4 k) sampai m) dan satukan semua fasa kloroform dalam labu ukur pada langkah j);
o) cuci *glass wool* dengan kloroform sebanyak 10 mL dan gabungkan dengan fasa kloroform dalam labu ukur pada langkah j);
p) tepatkan isi labu ukur pada langkah j) hingga tanda tera dengan kloroform;
q) ukur dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 652 nm dan catat serapannya.

CATATAN Pengukuran dilakukan tidak lebih dari 3 jam setelah ekstraksi;

r) buat kurva kalibrasi dari butir q) di atas atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.5 Prosedur uji

a) ukur contoh uji sebanyak 100 mL secara duplo dan masukkan ke dalam corong pemisah 250 mL;

© BSN 2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

b) tambahkan 3 tetes sampai dengan 5 tetes indikator fenoltalin dan larutan NaOH 1N tetes demi tetes ke dalam contoh uji sampai timbul warna merah muda, kemudian hilangkan dengan menambahkan H_2SO_4 1N tetes demi tetes;
c) selanjutnya lakukan langkah 3.4.4 c) sampai q).

CATATAN Bila kadar surfaktan anionik dalam contoh 0,08 mg/L - 0,4 mg/L, maka volume contoh uji yang diambil 250 mL dan bila kadar surfaktan anionik dalam contoh 0,025 mg/L - 0,08 mg/L, maka volume contoh uji yang diambil 400 mL.

3.6 Perhitungan

Kadar surfaktan anionik (mg/L) = C x fp

dengan pengertian:
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (mg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.
e) Apabila contoh uji mengandung zat tersuspensi, saring contoh uji dengan saringan membran berpori 0,45 µm.
f) Apabila contoh uji mengandung kationik surfaktan dan bahan kationik lainnya, masukkan contoh uji ke kolom penukar ion.
g) Apabila contoh uji mengandung nonsurfaktan seperti sulfida, tambahkan ke dalam contoh uji beberapa tetes larutan H_2O_2.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi
a) Analisis *blind sample.*
b) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis dan tanda tangan.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi.
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen *recovery* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

Bibliografi

L.S.Clesceri, A.E.Greenberg, A.D.Eaton, *Standard Methods for the Examination Of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 5540 A and 5540C, APHA, AWWA and WPCF, Washington DC.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

© BSN 2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.or.id

© BSN 2005